

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2 0 0 3 年 2 月 1 2 日

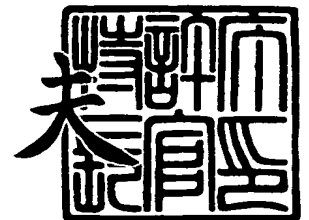
出 願 番 号
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 0 3 3 1 2 1
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 3 - 0 3 3 1 2 1]

出 願 人
Applicant(s): H O Y A 株式会社
ホーヤ マグネティクス シンガポール プライベートリミ
テッド

2 0 0 4 年 2 月 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願
【整理番号】 02P21032
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 G11B 5/72
G11B 5/82

【発明者】

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライ
ベートリミテッド内

【氏名】 佐藤 孝

【発明者】

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライ
ベートリミテッド内

【氏名】 阿山 兼士

【発明者】

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライ
ベートリミテッド内

【氏名】 石山 雅史

【特許出願人】

【識別番号】 000113263
【住所又は居所】 東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号
【氏名又は名称】 H O Y A 株式会社

【特許出願人】

【識別番号】 501259732

【住所又は居所】 シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス
3【氏名又は名称】 ホーヤ マグネティクス シンガポール プライベート
リミテッド

【代理人】

【識別番号】 100113343

【弁理士】

【氏名又は名称】 大塚 武史

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 154299

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気ディスクの製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ディスク基板上に少なくとも磁性層を形成した後、該磁性層を形成したディスク基板の温度が 2 0 0℃を超える温度の下で、不活性ガスを含まない炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いてプラズマCVD法により炭素系保護層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

【請求項 2】 前記混合ガスは、低級直鎖炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスであることを特徴とする請求項 1 記載の磁気ディスクの製造方法。

【請求項 3】 前記炭素系保護層の形成後に、前記炭素系保護層を窒素プラズマに曝すことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の磁気ディスクの製造方法。

【請求項 4】 前記炭素系保護層を窒素プラズマに曝した後、潤滑層を形成することを特徴とする請求項 3 記載の磁気ディスクの製造方法。

【請求項 5】 LUL（ロードアンロード）方式の磁気ディスク装置に用いることを特徴とする請求項 1 乃至 4 の何れかに記載の磁気ディスクの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0 0 0 1】

【発明の属する技術分野】

本発明は、HDD（ハードディスクドライブ）等の情報を記録するための磁気ディスク装置に搭載する磁気ディスクの製造方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

今日、情報記録技術、特に磁気記録技術は I T 産業の発達に伴い飛躍的な技術革新が要請されている。たとえば、HDD等の磁気ディスク装置に搭載する磁気ディスクでは、40Gbit/inch²～100Gbit/inch²、更にはそれ以上の情報記録密度を達成できる技術が求められている。

従来、磁気ディスク装置においては、停止時には磁気ディスク上の接触摺動用の内周領域面に磁気ヘッドを接触させておき、起動時には磁気ヘッドをこの内周領域面に接触摺動させながら僅かに浮上させ、接触摺動用の内周領域面の外側に

位置する記録再生用の領域面で記録再生を開始するCSS(Contact Start and Stop)方式が採用されてきた。このCSS方式では、磁気ディスク上に、記録再生用領域とは別に接触摺動用領域を確保しておく必要がある。

また、CSS方式では、磁気ヘッドの接触摺動から磁気ディスクを保護するために、磁気ディスクの表面を保護層で被覆する等されてきた。

【0 0 0 3】

近年の高記録密度化の要請の中で、40Gbit/inch²以上の情報記録密度を達成するために様々なアプローチが為されている。その一つとして、スペーシングロス改善してS/N比を向上させるために、磁気ディスクの磁性層と、磁気ヘッドの記録再生素子との間隙（磁気的スペーシング）を20nm以下にまで狭めることが求められている。

この磁気的スペーシングを達成する観点から、磁気ディスクの保護層膜厚は6nm以下の薄膜化が求められている。また、磁気ヘッドの浮上量は12nm以下に低浮上量化することが求められている。さらに、磁気ディスク装置の起動停止機構として、従来のCSS方式に替わって高記録容量化の可能なLUL(Load Unload、ランプロード)方式とすることが求められている。LUL方式では、磁気ディスク装置の停止時には、磁気ヘッドを磁気ディスクの外に位置するランプと称される傾斜台に退避させておき、起動時には、磁気ディスクが回転開始した後に、磁気ヘッドをランプから磁気ディスク面上のLUL領域に浮上状態で滑動させてから記録再生を行う。このLUL方式では、従来のCSS方式のように磁気ディスク面上に磁気ヘッドの接触摺動用領域を設ける必要がないため、CSS方式に比べて記録再生用領域の面積を広く確保でき、磁気ディスクの高記録容量化が可能となる。

【0 0 0 4】

ところで、磁気ディスクの保護層を上述の程度まで薄膜化しても耐磨耗性、摺動特性を確保するため、例えば特開2001-126233号公報には、プラズマCVD法で炭素水素系保護膜を形成し、膜表面から窒素イオンを侵入させて表面改質する方法が開示されている。プラズマCVD法により成膜を行うと、通常、ダイヤモンドライク炭素を多く含む緻密で高硬度の膜が形成できる。

【0 0 0 5】

【特許文献 1】

特開 2 0 0 1 - 1 2 6 2 3 3 号公報

【0 0 0 6】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、特にプラズマCVD法で形成した保護層を備える磁気ディスクを搭載した磁気ディスク装置において、最近サーマルアスペリティ障害を発生しやすいことが問題となってきた。本発明者らの検討によると、保護層をプラズマCVD法で形成した場合、プラズマ放電時の炭化水素の分解が不十分であると、高分子の炭化水素系有機物がパーティクルとして保護層表面に付着し、これが原因でサーマルアスペリティ障害が発生することが判明した。なお、サーマルアスペリティとは、磁気抵抗効果型再生素子（MR, GMR, TMR素子等）を備えた磁気ヘッドが磁気ディスク上の突起物に衝突した際に発生するスパイク状のノイズを言う。衝突によって生じた熱により磁気抵抗効果型再生素子の抵抗値が一瞬変化することが原因であり、データの誤検出を引き起こし、修復不可能な重大なエラーとなる。

【0 0 0 7】

また、本発明者らの検討によると、プラズマ放電時の炭化水素の分解が不十分な為、形成される保護層中に、高分子成分を多く含む有機物を取り込まれ、その結果、保護層強度が十分に得られないという問題が発生することも判明した。保護層の強度が不十分であると、特にLUL方式の磁気ディスク装置では、磁気ヘッドから加わる撃力で、磁気ディスク表面に微小な傷等が発生し、再生信号が低下する問題が起こる。さらに、磁気ヘッドの再生素子部を汚染し、記録再生が不能となる重大な問題が発生する。

本発明は、上述の問題に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、第一に、サーマルアスペリティ障害を防止し、LUL方式に好適な優れたLUL耐久性を備える磁気ディスクの製造方法を提供することにある。第二に、サーマルアスペリティ障害を防止し、保護層の薄膜化を可能とする磁気ディスクの製造方法を提供することにある。第三に、サーマルアスペリティ障害を防止し、磁気ヘッドの低浮上量化に好適な磁気ディスクの製造方法を提供することにある。

【0 0 0 8】

【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記課題を解決するべく、プラズマCVD法に用いる材料ガス及び成膜条件等に着目し、鋭意研究を行った結果、得られた知見に基づいて本発明を完成するに至った。

従来、プラズマCVD法により炭素保護層を形成する場合の材料ガスとしては、前記特許文献1にも記載されているように、Ar等の不活性ガスと炭化水素系ガスの混合ガスが用いられている。また、炭化水素系ガスのみを材料ガスとして用いる方法や、炭化水素系ガスと水素ガスの混合ガスを材料ガスとして用いる方法が知られている。このような従来の材料ガスを用いてプラズマCVD法による成膜を行った場合、プラズマ中で分解された炭化水素が、炭素－炭素結合や炭素－水素結合を形成し、ディスク基板上に炭素保護膜を形成する。しかし、この過程で分解されなかった或いは分解が不十分な炭化水素が集合、融合して高分子状態のパーティクルを形成し、その一部は保護層の一部として取り込まれたり、取り込まれなかったものはチャンバー内壁等に付着し、ある頻度、確率をもって壁から脱落して保護層表面にパーティクルとして付着するものと考えられる。保護層表面に付着したパーティクルは突起物となり、サーマルアスペリティの原因となる。また、高分子のパーティクルが保護層に取り込まれた部位では、膜強度が著しく低下し、LUL方式の磁気ディスク装置に要求されるLUL耐久性が得られない。

【0 0 0 9】

本発明者らの研究によると、プラズマCVD法により保護層を形成する場合の材料ガスとして、Ar等の不活性ガスは使用せず、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いて、水素と窒素を含む炭素系保護層を成膜することにより、高分子の炭化水素系有機物がパーティクルとして保護層表面に付着するのを抑制できることが判明した。これは、不活性ガスを含まない炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを材料ガスとして用いることにより、パーティクルの原因となっている高分子有機化合物の発生が抑制されるものと考えられる。つまり、プラズマ中で分解した炭化水素分子が化学的に活性な炭素－窒素結合を形成し、その分子がそのまま保護層を形成し、またこの過程で分解されなかった或いは分解が不十分な炭化

水素も同じく化学的に活性で、高分子状態となる前に、保護層成膜分子として取り込まれて保護層を形成すると考えられ、その結果、パーティクルの発生を抑制できる。

また、本発明者らの更なる研究によると、プラズマCVD法による保護層成膜時のディスク基板（即ち少なくとも磁性層が形成されているディスク基板）温度が、パーティクルの抑制にも関与していることが判明した。

本発明者らは、上記知見に基づいて、特にサーマルアスペリティ障害を解決し、磁氣的スペーシングを改善して、高記録密度化を達成するために、以下の構成を有する発明を完成した。

【0 0 1 0】

（構成1）ディスク基板上に少なくとも磁性層を形成した後、該磁性層を形成したディスク基板の温度が2 0 0℃を超える温度の下で、不活性ガスを含まない炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いてプラズマCVD法により炭素系保護層を形成することを特徴とする磁気ディスクの製造方法。

（構成2）前記混合ガスは、低級直鎖炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスであることを特徴とする構成1記載の磁気ディスクの製造方法。

（構成3）前記炭素系保護層の形成後に、前記炭素系保護層を窒素プラズマに曝すことを特徴とする構成1又は2記載の磁気ディスクの製造方法。

（構成4）前記炭素系保護層を窒素プラズマに曝した後、潤滑層を形成することを特徴とする構成3記載の磁気ディスクの製造方法。

（構成5）LUL（ロードアンロード）方式の磁気ディスク装置に用いることを特徴とする構成1乃至4の何れかに記載の磁気ディスクの製造方法。

【0 0 1 1】

本発明の磁気ディスクは、構成1にあるように、ディスク基板上に少なくとも磁性層を形成した後、該磁性層を形成したディスク基板の温度が2 0 0℃を超える温度の下で、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いて、プラズマCVD（以下、P-CVDと記す）法により、炭素系保護層を形成することにより製造される。

ディスク基板上に少なくとも磁性層を形成した後、該磁性層を形成したディス

ク基板の温度が200℃を超える温度の下で、P-CVD法による保護層成膜を行うと、保護層成膜時におけるパーティクルの発生を抑制することができる。これは、上記保護層成膜時のディスク基板の温度が高いと、プラズマ中で分解した炭化水素分子がディスク基板上に積層されるときの状態が活性となりやすく、高分子のパーティクルを形成するよりも優先的に保護層成膜分子として取り込まれて保護層を形成するものと考えられ、その結果、パーティクルの発生を抑制できると考えられる。

このように保護層成膜時のディスク基板温度がパーティクルの抑制に関与し、本発明者らの検討によると、ディスク基板を200℃を超える温度に加熱することが好ましく、特に230℃以上の温度に加熱することがさらに好ましい。

【0012】

本発明における炭素系保護層は、アモルファス炭素からなる保護層であり、P-CVD法で形成されたアモルファスのダイヤモンドライク炭素を含む保護層である。ダイヤモンドライク炭素を含むことにより、保護層として好適な硬度と耐久性が得られる。

本発明においては、プラズマを用いて原子を励起させる、P-CVD法により炭素系保護層を形成するが、P-CVD法で形成された炭素系保護層は、緻密性と硬度が高く、たとえば磁性層の金属イオンが磁気ディスク表面にマイグレートするのを防止できるので、保護層の薄膜化にとって特に好ましい。

本発明では、P-CVD法で炭素系保護層を形成する場合の材料ガスとして、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いる。この混合ガスを用いてダイヤモンドライク炭素を形成することが好ましい。

【0013】

この場合、炭素水素系ガスに対する窒素ガスの含有量は、0.5%～6%の範囲とすることが好ましい。この範囲内で窒素ガスを含むことにより、特にサーマルアスペリティの原因となるパーティクルの発生を抑制し、LUL耐久性の優れた炭素系保護層を形成することができる。なお、炭化水素系ガスに対する窒素ガスの含有量が6%を超えると、パーティクル抑制効果は得られるが、形成される保護層中のグラファイト成分が増大し、LUL耐久性が悪化する場合がある。また

、炭化水素系ガスに対する窒素ガスの含有量が0.5%より少ないと、パーティクル抑制効果が十分に得られない場合がある。

本発明では、上記材料ガスは、特に低級直鎖炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスであることが好ましい。低級直鎖炭化水素を用いることが好ましい理由は、炭素数が増えるにしたがって、ガスとして気化させて成膜装置に供給することが困難となることに加え、プラズマ放電時の分解が困難となり、分解されない或いは分解不十分な高分子の炭化水素成分が多く生じ易いからである。また、環式炭化水素の場合、プラズマ放電時の分解が直鎖炭化水素に比べて困難であるため好ましくない。

【0014】

上記低級直鎖炭化水素としては、低級直鎖飽和炭化水素、低級直鎖不飽和炭化水素を用いることができる。低級直鎖飽和炭化水素としては、メタン、エタン、プロパン、ブタン、オクタン等を用いることができる。また、低級直鎖不飽和炭化水素としては、エチレン、プロピレン、ブチレン、アセチレン等を用いることができる。なおここで言う低級とは、1分子当たりの炭素数が1～10の炭化水素のことである。

これら低級直鎖炭化水素の中でも、アセチレンを用いると、緻密且つ高硬度の炭素系保護層を形成できるので本発明では特に好ましい。

また、本発明において、P-CVD法で形成される炭素系保護層中の水素含有量を調整するために、上記炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガス中に更に水素ガスを適宜添加してもよい。P-CVD法で形成される炭素系保護層は、水素を含むダイヤモンドライク炭素（水素化ダイヤモンドライク炭素）の保護層とすることで、保護層の緻密性が向上し、硬度も向上させることができるので好ましい。

なお、本発明の効果を損わない限りにおいて、上記炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスに他のガス成分が含まれていてもよい。

【0015】

本発明では、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いてP-CVD法で、水素と窒素を含む炭素系保護層を形成した後に、該炭素系保護層を窒素プラズマに曝すことにより、保護層表面を特に高濃度に窒素化してもよい。本発明者らの研究

によると、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いて、P-CVD法で水素と窒素を含む炭素系保護層を形成した後に、該炭素系保護層を窒素プラズマに曝すことにより、更なるパーティクル抑制効果も得られることが判明した。また、このようにして保護層表面の窒素濃度を高めることにより、保護層上に潤滑層を形成した場合における保護層と潤滑層との密着性を高めることが出来る。なお、保護層表面を高濃度に窒素化する場合、保護層表面の窒素濃度について特に限定する必要はないが、保護層表面の窒素濃度が高過ぎると、保護層全体の窒素含有量が増加するため、LUL耐久性を悪化させるおそれがあるので、たとえば10at%以下であることが望ましい。

【0016】

また、このようなP-CVD法で形成される炭素系保護層のラマンスペクトルの B/A は、1.2~1.5の範囲内であることが更に好ましい。炭素系保護層のラマンスペクトルは、ラマン分光分析により測定することができる。ラマンスペクトルの B/A とは、測定したラマンスペクトルの最大ピーク強度（B）と、フォトルミネッセンスによるバックグラウンドを減じる処理を行った後のラマンスペクトルの最大ピーク強度（A）との比のことである。 B/A が1.2未満の場合、炭素系保護層の緻密性が損なわれる場合があり、また B/A が1.5を超えると炭素系保護層の硬度が低下する場合があるので好ましくない。従って、 B/A を1.2~1.5の範囲内とすることにより、P-CVD法で形成される炭素系保護層の緻密性と硬度を更に好適なものとすることができる。

また、本発明において、P-CVD法により形成される炭素系保護層の膜厚は、1nm以上であることが好ましい。膜厚が1nm未満では、磁性層の金属イオンのマイグレーションを防止するのに十分でない場合がある。なお、炭素系保護層の膜厚には特に上限を設ける必要はないが、磁氣的スペーシングの改善を阻害しないよう、実用上は5nm以下とするのが好ましい。

【0017】

本発明の磁気ディスクは、前記保護層上に潤滑層を備えてもよい。潤滑層の素材は特に限定されないが、炭素系保護層との密着性が良好なものが好ましく、具体的には、末端基に水酸基を有するパーフルオロポリエーテル化合物が好適であ

る。パーフルオロポリエーテル化合物は、直鎖構造を備え、磁気ディスク用に適度な潤滑性能を発揮するとともに、末端基に水酸基（OH）を有することで、炭素系保護層に対して高い密着性能を発揮することができる。特に、前記保護層表面に窒素を含有する場合にあっては、該保護層表面のN⁺と潤滑層のOH⁻とが高い親和性を示すので、高い潤滑層密着率を得ることができる。

【0 0 1 8】

本発明においては、磁性層を構成する元素は特に限定されないが、コバルト（Co）合金系磁性層であることが好ましい。Co合金系磁性層は保磁力が高く耐食性があるため高記録密度化にとって好適であるが、Coイオンが保護層内に浸出し、磁気ディスク表面にマイグレートし易いという欠点があった。従って、スペーシングロスを低減させるために保護層膜厚を低減させると腐食障害が発生し易い場合があるが、本発明では、P-CVD法により形成される炭素系保護層の緻密性と硬度が高く、保護層を薄膜化しても、磁性層の金属イオンが磁気ディスク表面にマイグレートするのを防止できるので、上記欠点を十分に抑えられるので好適である。

本発明に好適なCo系合金として具体的には、CoPt系合金、CoCr系合金、CoCrPt系合金等が挙げられる。中でも、CoCrPt系合金からなる磁性層は、磁性グレインを微細化でき、かつグレインの磁気異方性定数を向上させることができるので、高記録密度化に特に好適である。

【0 0 1 9】

本発明において、基板としてはガラス基板を使用するのが好ましい。ガラス基板は、平滑性が高く高剛性が得られるので、高記録密度化に伴う磁気ヘッドの低浮上量化の要求を満たすことが可能である。ガラス基板の材質としては、例えば、アルミノシリケートガラス、ソーダライムガラス、ソーダアルミノシリケートガラス、アルミノボロシリケートガラス、ボロシリケートガラス、石英ガラス、チェーンシリケートガラス、又は結晶化ガラス等のガラスセラミックス等が挙げられる。中でも、アルミノシリケートガラスは、耐衝撃性や耐振動性に優れるため特に好ましい。

このようなアルミノシリケートガラスは、化学強化することによって、ガラス

基板表面に圧縮応力層を設けることができ、抗折強度や、剛性、耐衝撃性、耐振動性、耐熱性に優れ、高温環境下にあってもNaの析出がないとともに、平坦性を維持し、ヌープ硬度にも優れる。

また、ガラス基板の厚さは、0.1mm～1.5mm程度が好ましい。

【0020】

基板上に、少なくとも上述の磁性層と炭素系保護層を形成することにより、本発明の磁気ディスクが得られる。具体的な実施形態としては、基板上に、シード層、下地層、磁性層、炭素系保護層、潤滑層を設けた磁気ディスクとするのが好適である。

シード層としては、例えば、Al系合金、Cr系合金、NiAl系合金、NiAlB系合金、AlRu系合金、AlRuB系合金、AlCo系合金、FeAl系合金等のbccまたはB2結晶構造型合金等を用いることにより、磁性粒子の微細化を図ることができる。特に、AlRu系合金、中でもAl:30～70at%、残部がRuの配合量の合金であれば、磁性粒子の微細化作用に優れているので好ましい。

下地層としては、Cr系合金、CrMo系合金、CrV系合金、CrW系合金、CrTi系合金、Ti系合金等の磁性層の配向性を調整する層を設けることができる。特に、CrW系合金、中でも、W:5～40at%、残部がCrの配合量の合金は、磁性粒子の配向を整える作用に優れているので好ましい。

その他の、磁性層、炭素系保護層及び潤滑層についての詳細はすでに説明したとおりである。

【0021】

本発明において、炭素系保護層の形成方法はすでに詳しく説明したとおりであるが、その他の各層を成膜する方法については、公知の技術を用いることができ、たとえばスパッタリング法（DCマグネトロンスパッタ、RFスパッタ等）、プラズマCVD法等を採用できる。また、前記潤滑層の形成は、ディップ法、スプレイ法、スピコート法等、公知の方法を用いることができる。

なお、前記炭素系保護層形成後に、例えば超純水及びイソプロピルアルコールでディスク表面を洗浄することで、ディスクの表面品位を更に向上できる。

本発明において、磁気ディスク表面の表面粗さは、Rmaxで6nm以下であること

が好ましい。6nmを超えると、磁気的スペーシング低減を阻害する場合があるので好ましくない。なお、ここで言う表面粗さとは、日本工業規格（JIS）B0601に定めるものである。

本発明の磁気ディスクは、LUL耐久性に優れ、LUL方式の磁気ディスク装置に搭載する磁気ディスクに好適である。

【0022】

【発明の実施の形態】

以下に実施例を挙げて、本発明の実施の形態についてさらに具体的に説明する。なお、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

（実施例1）

本実施例の磁気ディスク10は、図1に示すように、ガラス基板1上に、シード層2aと下地層2bとからなる非磁性金属層2、磁性層3、炭素系保護層4、潤滑層5を順次積層してなる。

次に、本実施例の磁気ディスク10の製造方法を説明する。

まず、溶融ガラスから上型、下型、胴型を用いたダイレクトプレスにより円盤状のアルミノシリケートガラスからなるガラス基板を得、これに研削、精密研磨、端面研磨、精密洗浄、化学強化の各工程を施すことにより、磁気ディスク用ガラス基板1を製造した。得られたガラス基板1は、外径は65mm、内径は20mm、板厚は0.635mmの2.5インチ型磁気ディスク用基板であった。

上記工程を経て得られたガラス基板1の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）にて測定したところ、 $R_{max}=4.48\text{ nm}$ 、 $R_a=0.40\text{ nm}$ と平滑な表面を持つ磁気ディスク用ガラス基板であることを確認した。なお、ここで言う表面粗さ R_a 、 R_{max} とは、日本工業規格（JIS）B0601に定めるものである。

【0023】

次に、静止対向型成膜装置を用いて、上記ガラス基板1上に、DCマグネトロンスパッタリングにより、シード層2a、下地層2b、及び磁性層3を順次形成した。

即ち、まずスパッタリングターゲットとしてAlRu（Al：50at%、Ru：50at%）合金を用い、ガラス基板1上に、膜厚30nmのAlRu合金から

なるシード層 2 a を成膜した。次に、スパッタリングターゲットとして CrMo (Cr: 80 at%, Mo: 20 at%) 合金を用い、シード層 2 a 上に、膜厚 20nm の CrMo 合金からなる下地層 2 b を成膜した。次いで、スパッタリングターゲットとして CoCrPtB (Cr: 20 at%, Pt: 12 at%, B: 5 at%, 残部 Co) 合金を用い、下地層 2 b 上に、膜厚 15nm の CoCrPtB 合金からなる磁性層 3 を成膜した。

【0024】

次に、上記磁性層 3 上に、P-CVD法を用いて炭素系保護層 4 を形成した。具体的には、上記磁性層 3 までを成膜したガラス基板 1 温度が保護層形成時に 250℃となるようにヒータ加熱方式を用いて上記基板を加熱しておいた。基板温度は、保護層を形成する直前にチャンバーの窓より放射温度計を用いて確認した。なお、例えば、前記下地層 2 b を成膜する前などの時点で上記基板を加熱しておいてもよい。

そして、材料ガスとしてアセチレンと窒素を 97%: 3% の割合で混合したガスを用いて、P-CVD法により、前記磁性層 3 上に、膜厚 3.5nm の水素と窒素を含むアモルファス状のダイヤモンドライク炭素からなる保護層が形成されるように成膜を行った。

この際、高周波電力（周波数 27MHz）を電極に印加してプラズマを発生させ、成膜時の真空度は、 $5 \times 10^{-7} \sim 5 \times 10^{-8}$ mb であった。なお、このときプラズマに電圧を印加するなどして、IBD (Ion Beam Deposition) として P-CVD 成膜を行ってもよい。

P-CVD法で炭素系保護層 4 を形成した後、プラズマ中に窒素ガスのみを導入して、上記保護層を窒素プラズマに曝す処理を行った。こうして窒素プラズマ処理された保護層表面の膜厚は、透過型電子顕微鏡観察による測定の結果、0.5nm であった。

【0025】

こうして炭素系保護層 4 まで形成後、ラマン分光分析を行ったところ、B/A は 1.36 であった。このラマン分光分析の測定は次のとおりに行った。

まず、上記炭素系保護層 4 の表面に、波長 514.5nm の Ar イオンレーザーを照

射し、 900 cm^{-1} ～ 1800 cm^{-1} の波数帯に現れるラマン散乱によるラマンスペクトルを観察した。ここで、 900 cm^{-1} ～ 1800 cm^{-1} の波数帯に現れる最大ピークのピーク強度をBとした。次に、このラマンスペクトルに現れているフォトルミネッセンスと考えられるバックグラウンドを除去した。具体的には、 900 cm^{-1} 付近の検出強度及び 1800 cm^{-1} 付近の検出強度を基に、フォトルミネッセンスの強度を算出し、ラマンスペクトルから差し引いた。このバックグラウンド除去を行った後の前記最大ピークのピーク強度をAとし、強度Aに対する強度Bの比をB/Aとして求めた。

また、X線光電子分光分析法（XPS）により上記炭素系保護層4を分析したところ、炭素に対する窒素の濃度は8.5 at %であった。

次に、上記炭素系保護層4までを形成したディスクを、 70°C の純水中で400秒浸漬洗浄した後、更にイソプロピルアルコール（IPA）にて400秒洗浄し、仕上げ乾燥としてIPA蒸気による乾燥を行った。

【0026】

次に、上記洗浄後の炭素系保護層4の上に、ディップ法を用いて、PFPE（パーフルオロポリエーテル）化合物からなる潤滑層5を形成した。具体的には、アウジモント社製のアルコール変性フオンプリンゼット誘導体を用いた。この化合物は、PFPEの主鎖の両末端にそれぞれ1～2個、即ち一分子当たり2～4個の水酸基を有している。潤滑層5の膜厚は1 nmとした。

以上のようにして本実施例の磁気ディスク10を製造した。

得られた磁気ディスク10の表面粗さを原子間力顕微鏡（AFM）にて測定したところ、 $R_{\text{max}} = 4.61\text{ nm}$ 、 $R_a = 0.41\text{ nm}$ の平滑な表面であることを確認した。

また、得られた磁気ディスク10のグライドハイトを測定したところ、 4.7 nm であった。磁気ヘッドの浮上量を安定的に 12 nm 以下とする場合、磁気ディスクのグライドハイトは 6 nm 以下とすることが望ましい。

【0027】

得られた磁気ディスク10について、さらに以下の各種性能試験を行った。

[パーティクルカウント試験]

上記磁気ディスクを光散乱式のパーティクルカウント測定装置に設置し、磁気ディスク表面のパーティクル数を測定した。パーティクルカウント数は、通常 50 個/disk 以下であることが必要である。これより多いパーティクルが磁気ディスク上に存在した場合、磁気ディスク装置に組み込んだ際の初期エラー登録時にエラーとなる。本実施例の磁気ディスクでは、パーティクルカウント数は、30 個/disk であった。

〔サーマルアスペリティ試験〕

サーマルアスペリティ試験は、磁気記録装置に、上記磁気ディスクと、巨大磁気抵抗効果型再生素子（GMR 素子）を備えた磁気ヘッドとを装着して行った。磁気ディスクの回転数は 5400rpm とし、磁気ヘッドのスライダーは NPAB（負圧型）スライダーを用い、磁気ヘッド浮上時の浮上量を 12 nm とし、磁気ヘッドによる記録再生を行った。そして、サーマルアスペリティの生じた箇所を磁気ディスク面に対してカウントする（TA 個数）。通常、TA 個数は磁気ディスク面当たり 5 個以下であることが必要とされる。本実施例の磁気ディスクでは、TA 個数は 0 個/disk であった。

【0028】

〔LUL 耐久性試験〕

LUL 耐久性試験は、磁気記録装置に、上記磁気ディスクと、巨大磁気抵抗効果型再生素子（GMR 素子）を備えた磁気ヘッドとを装着して行った。磁気ディスクの回転数は 5400rpm とし、磁気ヘッドのスライダーは NPAB（負圧型）スライダーを用い、磁気ヘッド浮上時の浮上量を 12 nm とし、磁気記録装置内の環境を 70℃、80%RH の高温高湿環境下で、磁気ヘッドのロード・アンロード動作を連続繰り返し行った。磁気記録装置が故障することなく耐久した LUL 回数を測定することにより、LUL 耐久性を評価した。

本実施例の磁気ディスクでは、LUL 回数は故障なく 100 万回を超えることができた。通常、LUL 耐久性試験では、LUL 回数が故障なく連続して 40 万回を超えることが必要とされる。通常の HDD の使用環境では、LUL 回数が 40 万回を超えるには 10 年程度の使用が必要であると言われている。

なお、本実施例の磁気ディスクについての以上各種性能試験結果は纏めて後記

表 1 にも示した。

【0029】

(実施例 2)

本実施例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 を形成するときに、アセチレンガスと窒素ガスの混合比率を 94%：6%とし、該保護層成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本実施例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

(実施例 3)

本実施例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本実施例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

(実施例 4～7)

実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 成膜時の基板温度を、290℃（実施例 4）、230℃（実施例 5）、220℃（実施例 6）、210℃（実施例 7）にそれぞれ変更した点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

これらの実施例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

【0030】

(比較例 1)

本比較例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 を形成するときの材料ガスとして、アセチレンガスのみを用い、該保護層成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本比較例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない

、その結果を後記表 1 に示した。

(比較例 2)

本比較例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 成膜時の基板温度を 2 0 0 ℃に変更し、該保護層成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本比較例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

【0 0 3 1】

(比較例 3)

本比較例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 を形成するときの材料ガスとして、アセチレンガスに不活性ガスである Ar ガスを混合した混合ガス (Ar ガスの混合比率はアセチレンガスに対して 3 %) を用い、該保護層成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本比較例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

(比較例 4)

本比較例の磁気ディスクは、実施例 1 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 を形成するときの材料ガスとして、アセチレンガスと窒素ガスの混合ガス (両者の混合比率は実施例 1 と同じ) に更に Ar ガスを混合したガス (Ar ガスの混合比率は、アセチレンと窒素の混合ガスに対して 3 %) を用い、該保護層成膜後の窒素プラズマ処理を行わなかった点以外は、実施例 1 の磁気ディスクと同様に製造した。

本実施例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を後記表 1 に示した。

(比較例 5)

本比較例の磁気ディスクは、上記比較例 4 の磁気ディスクにおいて、炭素系保護層 4 成膜後に窒素プラズマ処理を行なった点以外は、上記比較例 4 の磁気ディスクと同様に製造した。

本比較例の磁気ディスクについて実施例 1 と同様に各種性能評価試験を行ない、その結果を下記表 1 に示した。

【0032】

【表 1】

表 1	材料ガス Fe ₂ O ₃ :窒素	不活性 ガス	基板温度	窒素ガス 処理	窒素濃度	パーティクル数 個/disk	サマルツバ TA 個数/disk	LUL 耐久性試験 耐久回数
実施例 1	97%:3%	なし	250°C	0.5nm	8.5at%	30	0	100 万回耐久
実施例 2	94%:6%	なし	250°C	なし	12.0at%	20	0	40 万回耐久
実施例 3	97%:3%	なし	250°C	なし	7.5at%	43	2	60 万回耐久
実施例 4	97%:3%	なし	290°C	0.5nm	8.5at%	25	0	100 万回耐久
実施例 5	97%:3%	なし	230°C	0.5nm	8.5at%	32	1	60 万回耐久
実施例 6	97%:3%	なし	220°C	0.5nm	8.5at%	35	3	60 万回耐久
実施例 7	97%:3%	なし	210°C	0.5nm	8.5at%	40	5	40 万回耐久
比較例 1	100%:0%	なし	250°C	なし	0.0at%	550	35	20 万回で故障
比較例 2	97%:3%	なし	200°C	なし	7.5at%	60	6	20 万回で故障
比較例 3	100%:0%	あり	250°C	なし	0.0at%	1100	80	10 万回で故障
比較例 4	97%:3%	あり	250°C	なし	7.5at%	100	15	20 万回で故障
比較例 5	97%:3%	あり	250°C	0.5nm	8.5at%	80	11	20 万回で故障

【0 0 3 3】

上記表 1 の結果を参照して次のことがわかる。

すなわち、実施例 1 ～ 3 の結果によると、不活性ガスは含まず、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いて P-CVD 法により炭素系保護層を形成することにより、パーティクルの発生を抑制してサーマルアスペリティ障害を防止でき、かつ LUL 耐久性に優れた磁気ディスクが得られることが判る。

また、実施例 1 及び実施例 4 ～ 7 の結果によると、炭素系保護層成膜時の基板温度が 2 0 0 ℃を超える温度であれば、パーティクル抑制効果が得られ、特に 2 3 0 ℃以上であれば、その効果が更に大きいことが判る。

これに対し、窒素ガスは含まず、アセチレンガスのみを材料ガスとして用いた比較例 1 では、パーティクルの発生を抑制できず、サーマルアスペリティ障害を防止できない。また、LUL 耐久性にも劣っている。

また、炭素系保護層成膜時の基板温度を 2 0 0 ℃とした比較例 2 では、パーティクル抑制効果が小さい。

また、アセチレンガスに Ar ガスを導入した混合ガスを材料ガスとして用いた比較例 3 では、パーティクルの発生が非常に多く、サーマルアスペリティ障害を起こしている。しかも、LUL 耐久性は比較例 1 と比べても更に悪化している。さらに、アセチレンと窒素の混合ガスに Ar ガスを導入したガスを材料ガスとして用いた比較例 4、5 では、窒素ガスを導入していても、更に Ar ガスを導入したことで、パーティクルの発生が却って多くなり、サーマルアスペリティ障害を防止できず、LUL 耐久性にも劣っている。

【0 0 3 4】**【発明の効果】**

以上詳細に説明したように、本発明の磁気ディスクの製造方法によれば、従来の P-CVD 法による炭素保護層形成時のパーティクルの発生を抑制でき、サーマルアスペリティ障害を防止できる。しかも、LUL 耐久性が非常に優れた磁気ディスクが得られるので、LUL 方式の磁気ディスク装置に好適であり、磁気ディスク装置の高容量化を可能とする。また、本発明により得られる磁気ディスクによれば、保護層の薄膜化、磁気ヘッドの低浮上量化に好適で、磁気的スペーシングを向

上させて、高記録密度化を実現できる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

実施例の磁気ディスクの層構成を模式的に示す断面図である。

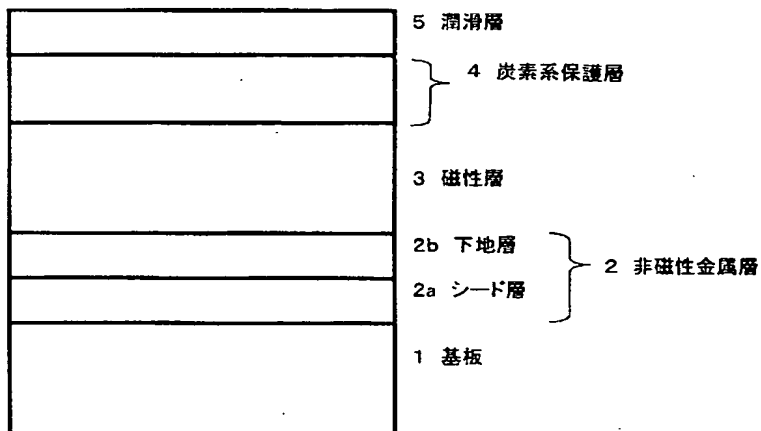
【符号の説明】

- 1 ガラス基板
- 2 非磁性金属層
- 2 a シード層
- 2 b 下地層
- 3 磁性層
- 4 炭素系保護層
- 5 潤滑層
- 1 0 磁気ディスク

【書類名】 図面

【図 1】

10 磁気ディスク



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 サーマルアスペリティ障害を防止し、特にLUL方式用に好適な磁気ディスクを提供する。

【解決手段】 ディスク基板 1 上に少なくとも磁性層 3 を形成した後、該磁性層 3 を形成したディスク基板 1 の温度が 2 0 0 ℃を超える温度の下で、炭化水素系ガスと窒素ガスの混合ガスを用いて、プラズマCVD法により炭素系保護層 4 を形成する。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 3 - 0 3 3 1 2 1
受付番号	5 0 3 0 0 2 1 4 5 7 7
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0 0 9 7
作成日	平成 1 5 年 2 月 1 3 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】	平成15年 2月12日
-------	-------------

次頁無

特願 2 0 0 3 - 0 3 3 1 2 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 1 3 2 6 3]

1. 変更年月日	2 0 0 2 年 1 2 月 1 0 日
[変更理由]	名称変更
住 所	東京都新宿区中落合 2 丁目 7 番 5 号
氏 名	H O Y A 株式会社

特願 2 0 0 3 - 0 3 3 1 2 1

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[5 0 1 2 5 9 7 3 2]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 6 月 2 8 日

[変更理由]

新規登録

住 所

シンガポール共和国 6 3 8 5 5 2 リンク 2 ツアス # 3

氏 名

ホーヤ マグネティクス シンガポール プライベートリミテ
ッド